

549, 309

(12)特許協力条約に基づいて公開された国際出願

(19) 世界知的所有権機関
国際事務局



(43) 国際公開日
2004 年10 月14 日 (14.10.2004)

PCT

(10) 国際公開番号
WO 2004/088690 A1

(51) 国際特許分類⁷: H01G 9/04, 9/045, 9/055

(21) 国際出願番号: PCT/JP2003/015199

(22) 国際出願日: 2003 年11 月27 日 (27.11.2003)

(25) 国際出願の言語: 日本語

(26) 国際公開の言語: 日本語

(30) 優先権データ:
特願2003-92983 2003 年3 月31 日 (31.03.2003) JP

(71) 出願人 (米国を除く全ての指定国について): 東洋アルミニウム株式会社 (TOYO ALUMINIUM KABUSHIKI KAISHA) [JP/JP]; 〒541-0056 大阪府大阪市中央区久太郎町 三丁目 6 番 8 号 Osaka (JP).

(72) 発明者; および

(75) 発明者/出願人 (米国についてのみ): 呂明哲 (RO, Akinori) [JP/JP]; 〒541-0056 大阪府大阪市中央区久太

郎町 三丁目 6 番 8 号 東洋アルミニウム株式会社内 Osaka (JP). 足高 善也 (ASHITAKA, Zenya) [JP/JP]; 〒541-0056 大阪府大阪市中央区久太郎町 三丁目 6 番 8 号 東洋アルミニウム株式会社内 Osaka (JP).

(74) 代理人: 甲田 一幸 (KODA, Kazuyuki); 〒581-0038 大阪府八尾市若林町 1 丁目 8 4 番地の 2 八尾南ガーデンテラス 208-B 号 Osaka (JP).

(81) 指定国 (国内): CN, JP, KR, US.

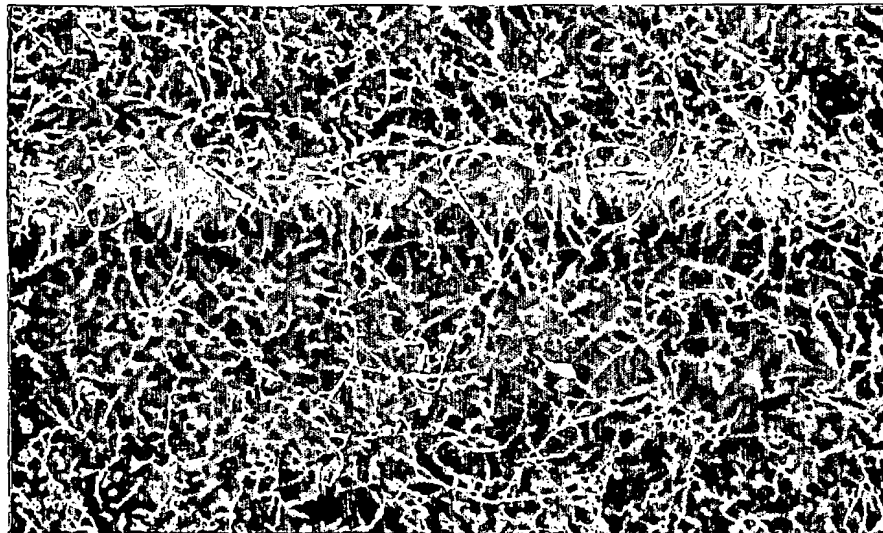
(84) 指定国 (広域): ヨーロッパ特許 (AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HU, IE, IT, LU, MC, NL, PT, RO, SE, SI, SK, TR).

添付公開書類:
— 国際調査報告書

2 文字コード及び他の略語については、定期発行される各 PCT ガゼットの巻頭に掲載されている「コードと略語のガイダンスノート」を参照。

(54) Title: FOIL FOR NEGATIVE ELECTRODE OF CAPACITOR AND PROCESS FOR PRODUCING THE SAME

(54) 発明の名称: コンデンサ陰極用箔およびその製造方法



1 μm

(57) Abstract: A foil for negative electrode of capacitor that is capable of ensuring high capacitance and high strength; and a process for producing the same. The foil for negative electrode of capacitor comprises an aluminum foil and, superimposed on a surface thereof, a carbonaceous layer. An intervenient layer containing aluminum and carbon is provided between the aluminum foil and the carbonaceous layer. The process for producing such a foil for negative electrode of capacitor comprises the step of disposing an aluminum foil in a space containing a hydrocarbonaceous substance and the step of heating the aluminum foil.

[続葉有]

BEST AVAILABLE COPY

WO 2004/088690 A1



(57) 要約: 高い静電容量と高い強度をともに確保することが可能なコンデンサ陰極用箔とその製造方法を提供する。コンデンサ陰極用箔は、アルミニウム箔と、このアルミニウム箔の表面上に形成された炭素含有層とを備える。アルミニウム箔と炭素含有層との間には、アルミニウムと炭素を含む介在層が形成されている。コンデンサ陰極用箔の製造方法は、炭化水素含有物質を含む空間にアルミニウム箔を配置する工程と、このアルミニウム箔を加熱する工程とを備える。

明細書

コンデンサ陰極用箔およびその製造方法

5 技術分野

この発明は、コンデンサ陰極用箔およびその製造方法に関し、特定的にはアルミニウム箔を基材として用いるコンデンサ陰極用箔およびその製造方法に関するものである。

10 背景技術

コンデンサは二つの電極、すなわち陽極と陰極とを備えている。陽極材料としては、表面に絶縁酸化被膜を生成することが可能なアルミニウム、タンタル等の弁金属が用いられる。陰極材料としては、電解液、無機半導体、有機導電性物質または金属薄膜のいずれかが用いられる。陰極材料が電解液の場合には、陰極端子として表面積を拡大したアルミニウム箔が使用されることが多い。この種のアルミニウム箔は電解コンデンサ陰極用アルミニウム箔と呼ばれている。コンデンサの静電容量を増加させるために陰極用アルミニウム箔の表面積が拡大される。

ところで、コンデンサの製造工程においては、コイル状で巻取られた形態で供給される陰極用アルミニウム箔を所定の幅に切断する工程、その切断されたスリットコイル状の陰極用アルミニウム箔をさらに巻取る工程、最終的に筒状のコンデンサを構成するために陰極用アルミニウム箔を巻取る工程または積層型のコンデンサを構成するために陰極用アルミニウム箔を切断する工程等が行なわれる。

これらの工程における生産性を向上させるためには陰極用アルミニウム箔の巻取り速度を高めることが要求される。この要求に応えるために、陰極用アルミニウム箔の機械的強度、すなわち陰極用アルミニウム箔の引張強度を向上させることが必要になる。

このように、陰極用アルミニウム箔には、要求特性として高い静電容量とともに高い引張強度も求められる。

陰極用アルミニウム箔の静電容量を増大させるためには、エッチングによって

アルミニウム箔の表面積を拡大させる方法が一般的に採用される。ところが、エッチング処理を行なうと、アルミニウム箔の引張強度は著しく低下する。

近年、電気機器の小型化に伴い、コンデンサをより小さくすることが求められている。コンデンサを小さくするためには、陰極用アルミニウム箔の厚みをより薄くする必要がある。アルミニウム箔の厚みが薄くなれば、アルミニウム箔の強度も相対的に低下する。

また、コンデンサ陰極用アルミニウム箔は、アルミニウム箔の表面積を拡大させるためのエッチング時の反応を制御するために、通常、アルミニウムの純度が99.0~99.95質量%程度のものが用いられている。なお、ここでいうアルミニウムの純度（ベース純度）とは、アルミニウム箔中に含まれる不純物元素のうち、鉄、ケイ素、銅の主要三元素の含有量を100%から差引いた値をいう。

そこで、たとえば、特開平5-247609号公報には、電解コンデンサ陰極用アルミニウム箔の静電容量と強度を向上させるための製造方法が提案されている。その電解コンデンサ陰極用アルミニウム箔の製造方法は、アルミニウムの純度が99.8%以上であり、不純物元素として、FeおよびSiをそれぞれ0.05%以下、Cuを0.005%以下に抑制し、かつ、Mg含有量とZn含有量を所定の式を満足するように成分調整されている化学成分を有するアルミニウムについて、均熱処理を540℃以下で行ない、熱間圧延後、巻き取り温度が300℃以下で終了し、さらに最終冷間圧延を加工率95%以上で行なって製品箔厚にするものである。このアルミニウム箔をエッチングして表面積を拡大させる。

しかしながら、上記の特開平5-247609号公報に開示された製造方法を用いても、コンデンサ陰極用アルミニウム箔の要求特性として引張強度を低下させずに静電容量を向上させるには限度があった。

25 発明の開示

この発明の目的は、高い静電容量と高い強度をともに確保することが可能なコンデンサ陰極用箔とその製造方法を提供することである。

本発明者は、背景技術の問題点を解決するために鋭意研究を重ねた結果、アルミニウム箔に特定の処理を施すことによって、上記の目的を達成できるコンデン

サ陰極用箔を得ることができることを見出した。このような発明者の知見に基づいて本発明はなされたものである。

この発明に従ったコンデンサ陰極用箔は、アルミニウム箔と、このアルミニウム箔の表面上に形成された炭素含有層とを備える。アルミニウム箔と炭素含有層との間には、アルミニウムと炭素を含む介在層が形成されている。

この発明のコンデンサ陰極用箔においては、炭素含有層がアルミニウム箔の強度を低下させることなく、アルミニウム箔の表面積を拡大または増大させる作用をする。これにより、コンデンサ陰極用箔の静電容量が増大する。また、アルミニウム箔と炭素含有層との間にはアルミニウムと炭素を含む介在層が形成されているので、この介在層が、アルミニウム箔の表面積を増大させる炭素含有層との間の密着性を高める作用をする。これにより、所定の静電容量と強度とを確保することができる。

この発明に従ったコンデンサ陰極用箔において、好ましくは、炭素含有層は、アルミニウムと炭素を含む介在物を内部に含む。

炭素含有層が薄い場合は、上記の介在層の存在のみによって、アルミニウム箔と炭素含有層との密着性を高めることができる。しかし、炭素含有層が厚い場合は、炭素含有層の内部で剥離が生じ、所定の静電容量が得られない可能性がある。この場合、炭素含有層の内部にアルミニウムと炭素を含む介在物を形成することによって、炭素含有層内での密着性を高めることができ、所定の静電容量を確保することができる。

この発明のコンデンサ陰極用箔において、炭素含有層は、アルミニウム箔の表面から外側に延びるように形成されているのが好ましい。この場合、炭素含有層がアルミニウム箔の表面積を拡大または増大させる作用をより効果的に発揮する。

また、この発明のコンデンサ陰極用箔において、介在層は、アルミニウム箔の表面の少なくとも一部の領域に形成された、アルミニウムの炭化物を含む第1の表面部分を構成するのが好ましい。炭素含有層は、第1の表面部分から外側に向かって延びるように形成された第2の表面部分を構成するのが好ましい。

この場合、第2の表面部分がアルミニウム箔の強度を低下させることなく、アルミニウム箔の表面積を増大させる作用をする。これにより、コンデンサ陰極用

箔の静電容量が増大する。また、アルミニウム箔と第2の表面部分との間にはアルミニウムの炭化物を含む第1の表面部分が形成されているので、この第1の部分が、アルミニウム箔の表面積を増大させる第2の表面部分との間の密着性を高める作用をする。これにより、所定の静電容量と強度とを確保することができる。

- 5 この発明に従ったコンデンサ陰極用箔の製造方法は、炭化水素含有物質を含む空間にアルミニウム箔を配置する工程と、このアルミニウム箔を加熱する工程とを備える。

- 10 この発明の製造方法では、炭化水素含有物質を含む空間に配置したアルミニウム箔を加熱することにより、アルミニウム箔の表面に、アルミニウムと炭素を含む介在物を形成するとともに、アルミニウム箔の表面積を増大させる作用をする炭素含有層を容易に形成することができる。

- 15 また、この発明に従ったコンデンサ陰極用箔の製造方法においては、アルミニウム箔を配置する工程は、炭素含有物質およびアルミニウム粉末からなる群より選ばれた少なくとも1種をアルミニウム箔の表面に付着させた後、炭化水素含有物質を含む空間にアルミニウム箔を配置することを含むのが好ましい。

- 20 炭化水素含有物質を含む空間に配置したアルミニウム箔を加熱することにより、従来よりも高い静電容量と高い強度をともに備えたコンデンサ陰極用箔を得ることができる。しかし、さらに飛躍的に高い静電容量を備えたコンデンサ陰極用箔を得る場合、炭素含有物質およびアルミニウム粉末からなる群より選ばれた少なくとも1種をアルミニウム箔の表面に付着させた後、炭化水素含有物質を含む空間にアルミニウム箔を配置し、加熱するのが好ましい。

この発明に従ったコンデンサ陰極用箔の製造方法は、加熱されたアルミニウム箔を圧延する工程をさらに備えるのが好ましい。

- 25 この発明に従ったコンデンサ陰極用箔の製造方法においては、アルミニウム箔を加熱する工程は、450℃以上660℃未満の温度範囲で行なうのが好ましい。

以上のように、この発明によれば、高い静電容量と高い強度をともに確保することが可能なコンデンサ陰極用箔を得ることができる。

図面の簡単な説明

図 1 は、実施例 1 の試料の走査型電子顕微鏡写真を示す。

図 2 は、実施例 3 の試料の走査型電子顕微鏡写真を示す。

図 3 は、実施例 6 の試料の走査型電子顕微鏡写真を示す。

5 発明を実施するための最良の形態

本発明者は、アルミニウムを炭化水素含有物質の存在下で加熱すると、第 1 の表面部分としてアルミニウムの表面近傍下に炭化アルミニウムの結晶が形成され、この炭化アルミニウムの結晶からアルミニウム表面の外側に向かって延びるように第 2 の表面部分が高密度で形成されることを見出した。また、形成された第 2 の表面部分は、互いに強固に結合することにより、または、別の炭素含有物質と強固に結合することにより、より表面積の高いアルミニウム箔を形成する性質も併せ持つことを見出し、本発明を完成するに至った。

アルミニウムは、板状、箔状、粉状のいずれの形態でも上記の効果を発揮するが、コンデンサ陰極用としては箔状のものをを用いる。

15 この発明の一つの実施の形態における第 2 の表面部分はアルミニウムの炭化物を含む第 1 の表面部分から外側に向かって延び、好ましくはフィラメント状、繊維状またはサボテン状の形態で存在して大きい表面積を有するため、アルミニウム箔の表面積を増大させる作用をする。その結果、コンデンサ陰極用箔の静電容量が増大する。

20 この発明の一つの実施の形態においては、アルミニウム箔と第 2 の表面部分との間には炭化アルミニウムの結晶を含む第 1 の表面部分が形成されているので、この第 1 の部分が、アルミニウム箔の表面積を増大させる第 2 の表面部分との間の密着性を高める作用をする。これにより、所定の静電容量と強度とを確保することができる。

25 また、この発明の一つの実施の形態においては、第 2 の表面部分は互いに強固に結合するので、アルミニウム粉末を利用して、より表面積の高いアルミニウム箔を得ることができる。

さらに、この発明の一つの実施の形態においては、第 2 の表面部分はそれ自身とは別の炭素含有物質を強固に結合するので、活性炭などの表面積の大きい炭素

含有物質を利用して、より表面積の高いアルミニウム箔を得ることができる。

この発明の一つの実施の形態においては、第2の表面部分は互いに強固に結合し、または、別の炭素含有物質と強固に結合するので、アルミニウム粉末と炭素含有物質を利用して、より表面積の高いアルミニウム箔を得ることができる。

5 本発明のコンデンサ陰極用箔は、エッチング処理によって表面積を増大または拡大させる手法を採用しないので、エッチング液との反応性を制御するためにアルミニウム箔の純度を99.0～99.95質量%程度に限定する必要がない。アルミニウム箔の厚みは、要求特性としての強度とコンデンサの小型化の必要性とから適宜決めればよいが、通常は1～200 μm 程度のものを用いればよい。

10 本発明のコンデンサ陰極用箔の製造方法の一つの実施の形態では、用いられる炭化水素含有物質の種類は特に限定されない。炭化水素含有物質の種類としては、たとえば、メタン、エタン、プロパン、n-ブタン、イソブタンおよびペンタン等のパラフィン系炭化水素、エチレン、プロピレン、ブテンおよびブタジエン等のオレフィン系炭化水素、アセチレン等のアセチレン系炭化水素等、またはこれら
15 の炭化水素の誘導体が挙げられる。これらの炭化水素の中でも、メタン、エタン、プロパン等のパラフィン系炭化水素は、アルミニウム箔を加熱する工程においてガス状になるので好ましい。さらに好ましいのは、メタン、エタンおよびプロパンのうち、いずれか一種の炭化水素である。最も好ましい炭化水素はメタンである。

20 また、炭化水素含有物質は、本発明の製造方法において固体、液体、気体等のいずれの状態でもよい。炭化水素含有物質は、アルミニウム箔が存在する空間に存在するようにすればよく、アルミニウム箔を配置する空間にどのような方法で導入してもよい。たとえば、炭化水素含有物質がガス状である場合（メタン、エタン、プロパン等）には、アルミニウム箔の加熱処理が行なわれる密閉空間
25 中に炭化水素含有物質を単独または不活性ガスとともに充填すればよい。また、炭化水素含有物質が固体または液体である場合には、その密閉空間中で気化するように炭化水素含有物質を単独または不活性ガスとともに充填してもよい。

アルミニウム箔を加熱する工程において、加熱雰囲気中の圧力は特に限定されず、常圧、減圧または加圧下であってもよい。また、圧力の調整は、ある一定の加熱

温度に保持している間、ある一定の加熱温度までの昇温中、または、ある一定の加熱温度から降温中のいずれの時点で行なってもよい。

5 アルミニウム箔を配置する空間に導入される炭化水素含有物質の重量比率は、特に限定されないが、通常はアルミニウム箔 100 重量部に対して炭素換算値で 0.1 重量部以上 50 重量部以下の範囲内にするのが好ましく、特に 0.5 重量部以上 30 重量部以下の範囲内にするのが好ましい。

10 アルミニウム箔を加熱する工程において、加熱温度は、加熱対象物であるアルミニウム箔の組成等に応じて適宜設定すればよいが、通常は 450℃以上 660℃未満の範囲内が好ましく、500℃以上 630℃以下の範囲内で行なうのがより好ましく、570℃以上 630℃以下の範囲内で行なうのがさらに好ましい。ただし、本発明の製造方法において、450℃未満の温度でアルミニウム箔を加熱することを排除するものではなく、少なくとも 300℃を超える温度でアルミニウム箔を加熱すればよい。

15 加熱時間は、加熱温度等にもよるが、一般的には 1 時間以上 100 時間以下の範囲内である。

20 昇温および降温工程も含め、加熱温度が 400℃以上になる場合は、加熱雰囲気中の酸素濃度を 1.0 体積%以下とするのが好ましい。加熱温度が 400℃以上で加熱雰囲気中の酸素濃度が 1.0 体積%を超えると、アルミニウム箔の表面の熱酸化被膜が肥大し、アルミニウム箔の表面における界面電気抵抗が増大するおそれがある。

また、加熱処理の前にアルミニウム箔の表面を粗面化してもよい。粗面化方法は、特に限定されず、洗浄、エッチング、ブラスト等の公知の技術を用いることができる。

25 なお、加熱処理の後にコンデンサ陰極用アルミニウム箔を圧延して所望の厚さおよび硬さに調整してもよい。

本発明の製造方法を用いることによって、アルミニウム箔の表面積をさらに増大または拡大させるためには、アルミニウム箔の表面に炭素含有物質またはアルミニウム粉末の少なくともいずれか一種を付着させた後、炭化水素含有物質を含む空間にアルミニウム箔を配置する工程が採用される。このとき、アルミニウム

箔の表面に形成される第2の表面部分は、アルミニウムの炭化物を含む第1の表面部分から外側に向かって延び、好ましくはフィラメント状、繊維状またはサボテン状の形態で存在する部分と、この部分の上に付着している多数個の粒子部分とから構成される。

- 5 この場合、炭素含有物質としては、活性炭素繊維、活性炭クロス、活性炭フェルト、活性炭粉末、墨汁、カーボンブラックまたはグラファイト等のいずれを用いてもよい。炭素含有物質の付着方法は、バインダー、溶剤または水等を用いて、スラリー状、液体状または固体状等により上記の炭素含有物質を調製したものを、塗布、ディッピングまたは熱圧着等によってアルミニウム箔の表面上に付着させればよい。炭素含有物質をアルミニウム箔の表面上に付着させた後、20℃以上300℃以下の範囲内の温度で乾燥させてもよい。

- 15 また、アルミニウム箔の表面に炭素含有物質を付着させた後、炭化水素含有物質を含む空間にアルミニウム箔を配置する工程を採用し、その後、付着させた炭素含有物質の表面積をさらに高めるための賦活処理を施してもよい。賦活処理は、50℃以上600℃以下の範囲内の温度で、好ましくは200℃以上500℃以下の範囲内の温度で、酸素を2～50体積%含む空間にアルミニウム箔を配置すればよい。賦活処理時間は、温度にもよるが、一般に10秒間以上100時間以下の範囲内であればよく、賦活処理を繰り返し行なってもよい。

- 20 また、アルミニウム粉末としては、不定形状、球状、扁平状のアルミニウム粉末またはアルミニウムペーストのいずれを用いてもよい。アルミニウム粉末の付着方法は、バインダー、溶剤等を用いて、スラリー状、液体状または固体状等により上記のアルミニウム粉末を調製したものを、塗布、ディッピングまたは熱圧着等によってアルミニウム箔の表面上に付着させればよい。

(実施例)

- 25 以下の実施例1～10と従来例に従ってコンデンサ陰極用箔を作製した。なお、実施例1～10と比較するためにコンデンサ陰極用箔の参考例も作製した。

(実施例1)

厚みが30μmのアルミニウム箔(JIS A1050-H18)を、アセチレンガス雰囲気中にて温度590℃で10時間保持した。その後、走査電子顕微

鏡（SEM）で試料の表面を観察したところ、炭素含有層として、約1000nmの長さで繊維状またはフィラメント状の形態でアルミニウム箔の表面から外側に延びている部分の存在を確認した。この走査電子顕微鏡写真を図1に示す。また、X線回折および電子エネルギー損失分光器（EELS）にて炭化アルミニウムの存在を確認した。

（実施例2）

平均粒径が0.5 μ mのカーボンブラック2重量部を、塩化ビニル系バインダー1重量部と混合し、溶剤（トルエン）に分散させて固形分30%の塗工液を得た。この塗工液を、厚みが30 μ mのアルミニウム箔（JIS A1050-H18）の両面に塗工し、乾燥した。乾燥後の塗膜の厚みは片面1 μ mであった。このアルミニウム箔をメタンガス雰囲気中にて温度590℃で10時間保持した。その後、走査電子顕微鏡（SEM）で試料の表面を観察したところ、約1000nmの長さで繊維状またはフィラメント状の形態でアルミニウム箔の表面から外側に延びている部分と、この部分の上に付着している粒径が約0.5 μ mの多数個の粒子部分とから構成される炭素含有層の存在を確認した。また、X線回折および電子エネルギー損失分光器（EELS）にて炭化アルミニウムの存在を確認した。

（実施例3）

平均粒径が1 μ mのアルミニウム粉末2重量部を、塩化ビニル系バインダー1重量部と混合し、溶剤（トルエン）に分散させて固形分30%の塗工液を得た。この塗工液を、厚みが15 μ mのアルミニウム箔（JIS 1N30-H18）の両面に塗工し、乾燥した。乾燥後の塗膜の厚みは片面2 μ mであった。このアルミニウム箔をメタンガス雰囲気中にて温度620℃で10時間保持した。その後、走査電子顕微鏡（SEM）で試料表面を観察したところ、炭素含有層として、アルミニウム箔の表面上に付着している粒径が約1 μ mの多数個の粒子部分から、約5000nmの長さでサボテン状の形態で外側に延びている部分の存在を確認した。この走査電子顕微鏡写真を図2に示す。また、X線回折および電子エネルギー損失分光器（EELS）にて炭化アルミニウムの存在を確認した。

（実施例4～10）

平均粒径が $0.1\mu\text{m}$ のカーボンブラック 2 重量部と平均粒径が $1\mu\text{m}$ のアルミニウム粉末 2 重量部を、塩化ビニル系バインダー 1 重量部と混合し、溶剤（トルエン）に分散させて固形分 30% の塗工液を得た。この塗工液を、厚みが $1.2\mu\text{m}$ のアルミニウム箔（JIS A3003-H18）の両面に塗工し、乾燥した。乾燥後の塗膜の厚みは片面 $4\mu\text{m}$ であった。このアルミニウム箔を表 1 に示す条件で熱処理した。実施例 8 では、熱処理後に圧延ロールを用いて約 20% の圧下率で圧延加工をアルミニウム箔に施した。実施例 10 では、熱処理後に空气中で 300°C 2 時間の賦活処理を施した。その後、走査電子顕微鏡（SEM）で試料表面を観察したところ、アルミニウム箔の表面上に付着している粒径が約 $1\mu\text{m}$ の多数個の粒子部分から、サボテン状の形態で外側に延びている部分と、この部分の上に付着している粒径が約 $0.1\mu\text{m}$ の多数個の粒子部分とから構成される炭素含有層の存在を確認した。実施例 6 の走査電子顕微鏡写真を図 3 に示す。また、X 線回折および電子エネルギー損失分光器（EELS）にて炭化アルミニウムの存在を確認した。

表 1

	熱処理		
	雰囲気	温度 ($^{\circ}\text{C}$)	時間 (Hr)
実施例 4	アセチレンガス	440	60
実施例 5	アセチレンガス	490	10
実施例 6	メタンガス	540	10
実施例 7	メタンガス	590	10
実施例 8	メタンガス	590	10
実施例 9	メタンガス	640	10
実施例 10	メタンガス	540	10

(参考例)

平均粒径が $0.1\mu\text{m}$ のカーボンブラック 2 重量部と平均粒径が $1\mu\text{m}$ のアルミニウム粉末 2 重量部を、塩化ビニル系バインダー 1 重量部と混合し、溶剤（トルエン）に分散させて固形分 30% の塗工液を得た。この塗工液を、厚みが $1.2\mu\text{m}$ のアルミニウム箔（JIS A3003-H18）の両面に塗工し、乾燥した。乾燥後の塗膜の厚みは片面 $4\mu\text{m}$ であった。このアルミニウム箔をアルゴンガス中にて温度 500°C で乾燥した。その後、走査電子顕微鏡（SEM）で試料表面を観察したが、炭素含有層がアルミニウム箔の表面に付着して形成されてお

らず、塗膜が剥離して脱落している部分が見られ、繊維状、フィラメント状またはサボテン状の形態で表面から外側に延びている部分の存在は確認されなかった。また、X線回折および電子エネルギー損失分光器（EELS）にても炭化アルミニウムの存在は確認されなかった。

5 (従来例)

厚みが40 μm のアルミニウム箔（JIS A1080-H18）に、塩酸15%と硫酸0.5%を含む電解液中で温度50℃、電流密度0.4 A/cm²の条件にて60秒間交流エッチング処理を施した後、エッチング後のアルミニウム箔を水洗し、乾燥した。

10 上記の実施例1～10、参考例および従来例で得られた各試料の特性を次のようにして測定した。

(1) 厚み

各試料の厚みを100倍の光学顕微鏡断面写真において測定した。その測定結果を表2に示す。

15 (2) 静電容量

各試料の静電容量は、ホウ酸アンモニウム水溶液（8 g/L）中で、LCRメータにより測定した。

(3) 機械的強度

各試料の機械的強度は引張試験によって評価した。すなわち、インストロン型
20 引張試験機を用い、幅15mmの試料を引張速度10 mm/minで引張り、試料の厚みから引張強度を算出した。

このようにして測定された各試料の静電容量および引張強度を、従来例で得られた値を100とした場合の指数で表わし、表2に示す。

表 2

	試料厚み (μm)	静電容量 (%)	引張強度 (%)
実施例 1	32	112	195
実施例 2	32	196	208
実施例 3	18	155	212
実施例 4	20	103	269
実施例 5	20	109	254
実施例 6	20	327	237
実施例 7	20	948	197
実施例 8	16	1030	523
実施例 9	20	914	180
実施例 10	20	603	227
参考例	20	11	252
従来例	38	100	100

これらの測定結果からわかるように、実施例 1～10 の試料は、表面積が拡大されているので従来例よりも高い静電容量を示すとともに、高い引張強度を示した。なお、参考例は従来例よりも高い引張強度を示すが、低い静電容量を示した。

- 5 以上に開示された実施の形態と実施例はすべての点で例示であって制限的なものではないと考慮されるべきである。本発明の範囲は、以上の実施の形態ではなく、特許請求の範囲によって示され、特許請求の範囲と均等の意味および範囲内でのすべての修正や変形を含むものである。

10 産業上の利用可能性

本発明に従ったコンデンサ陰極用箔は、高い静電容量と高い強度をとともに確保するのに適している。

請求の範囲

1. アルミニウム箔と、

前記アルミニウム箔の表面上に形成された炭素含有層とを備え、

5 前記アルミニウム箔と前記炭素含有層との間に形成された、アルミニウムと炭素を含む介在層をさらに備える、コンデンサ陰極用箔。

2. 前記炭素含有層は、アルミニウムと炭素を含む介在物を内部に含む、請求項1に記載のコンデンサ陰極用箔。

10 3. 前記炭素含有層は、前記アルミニウム箔の表面から外側に延びるように形成されている、請求項1に記載のコンデンサ陰極用箔。

4. 前記介在層は、前記アルミニウム箔の表面の少なくとも一部の領域に形成された、アルミニウムの炭化物を含む第1の表面部分を構成し、

前記炭素含有層は、前記第1の表面部分から外側に向かって延びるように形成された第2の表面部分を構成する、請求項1に記載のコンデンサ陰極用箔。

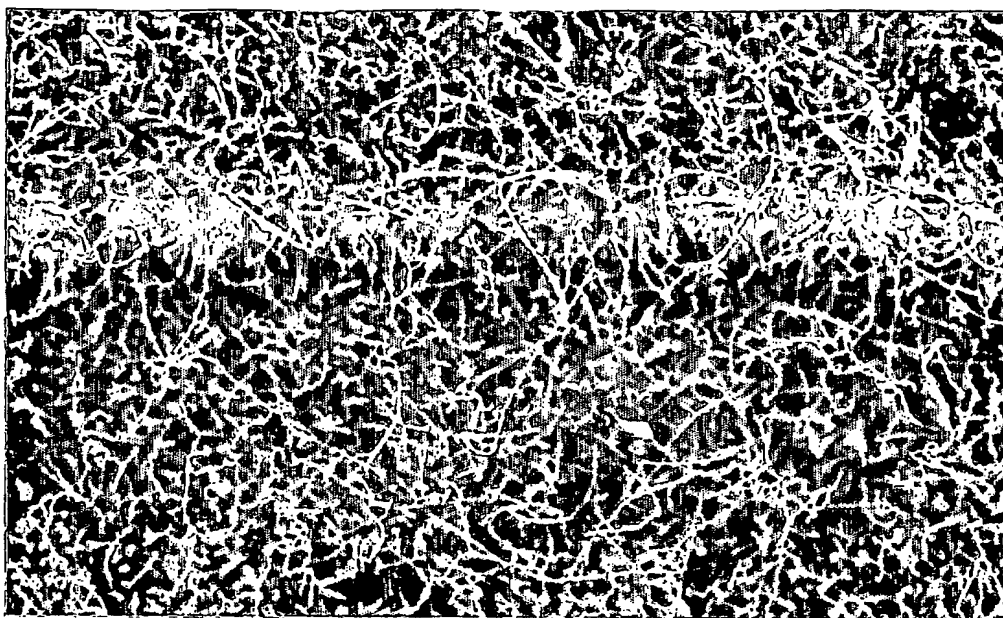
15 5. 炭化水素含有物質を含む空間にアルミニウム箔を配置する工程と、

前記アルミニウム箔を加熱する工程とを備えた、コンデンサ陰極用箔の製造方法。

20 6. 前記アルミニウム箔を配置する工程は、炭素含有物質およびアルミニウム粉末からなる群より選ばれた少なくとも1種をアルミニウム箔の表面に付着させた後、炭化水素含有物質を含む空間にアルミニウム箔を配置することを含む、請求項5に記載のコンデンサ陰極用箔の製造方法。

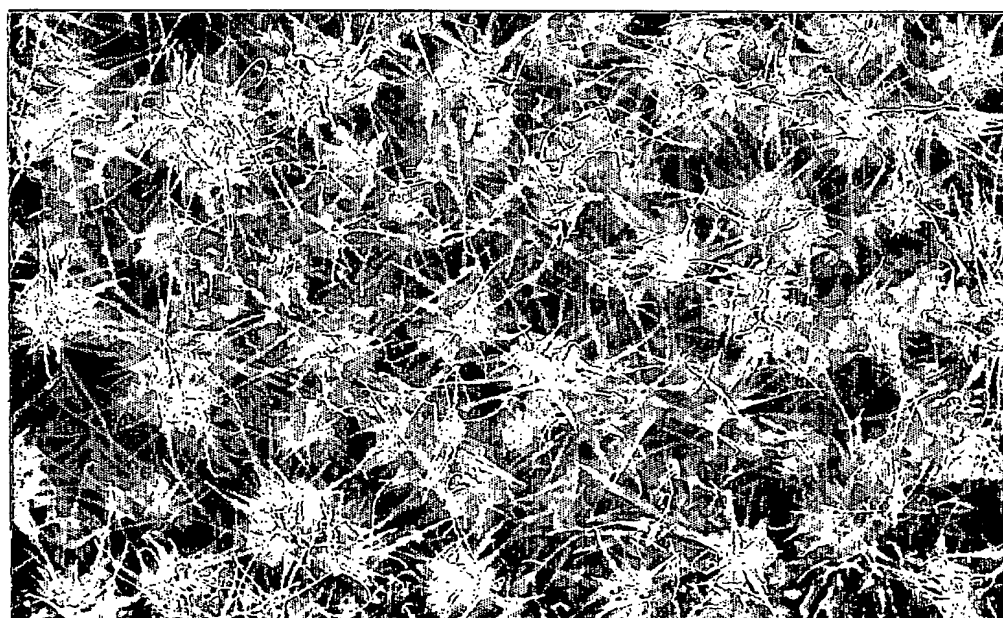
7. 前記アルミニウム箔を加熱する工程は、450℃以上660℃未満の温度範囲で行なう、請求項5に記載のコンデンサ陰極用箔の製造方法。

FIG. 1



1 μ m

FIG. 2



1 μ m

FIG. 3



1μm

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP03/15199

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER

Int.Cl⁷ H01G9/04, 9/045, 9/055

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)

Int.Cl⁷ H01G9/04, 9/045, 9/055

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Jitsuyo Shinan Koho	1922-1996	Toroku Jitsuyo Shinan Koho	1994-2003
Kokai Jitsuyo Shinan Koho	1971-2003	Jitsuyo Shinan Toroku Koho	1996-2003

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used)

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	JP 2000-12400 A (Nichicon Corp.), 14 January, 2000 (14.01.00), Full text (Family: none)	1-7
A	JP 4-71213 A (Nippon Chemi-Con Corp.), 05 March, 1992 (05.03.92), Full text; all drawings (Family: none)	1-7

☐ Further documents are listed in the continuation of Box C. ☐ See patent family annex.

* Special categories of cited documents:	"I" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention
"A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance	"X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone
"E" earlier document but published on or after the international filing date	"Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art
"L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)	"&" document member of the same patent family
"O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means	
"P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed	

Date of the actual completion of the international search
20 February, 2004 (20.02.04)

Date of mailing of the international search report
09 March, 2004 (09.03.04)

Name and mailing address of the ISA/
Japanese Patent Office

Authorized officer

Facsimile No.

Telephone No.

A. 発明の属する分野の分類 (国際特許分類 (IPC))

Int. Cl⁷ H01G 9/04, 9/045, 9/055

B. 調査を行った分野

調査を行った最小限資料 (国際特許分類 (IPC))

Int. Cl⁷ H01G 9/04, 9/045, 9/055

最小限資料以外の資料で調査を行った分野に含まれるもの

日本国実用新案公報 1922-1996年

日本国公開実用新案公報 1971-2003年

日本国登録実用新案公報 1994-2003年

日本国実用新案登録公報 1996-2003年

国際調査で使用した電子データベース (データベースの名称、調査に使用した用語)

C. 関連すると認められる文献

引用文献の カテゴリー*	引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する 請求の範囲の番号
A	JP 2000-12400 A (ニチコン株式会社) 2000. 1. 14, 全文 (ファミリーなし)	1-7
A	JP 4-71213 A (日本ケミコン株式会社) 1992. 3. 5, 全文, 全図 (ファミリーなし)	1-7

☐ C欄の続きにも文献が列挙されている。☐ パテントファミリーに関する別紙を参照。

* 引用文献のカテゴリー

「A」 特に関連のある文献ではなく、一般的技術水準を示すもの

「E」 国際出願日前の出願または特許であるが、国際出願日以後に公表されたもの

「L」 優先権主張に疑義を提起する文献又は他の文献の発行日若しくは他の特別な理由を確立するために引用する文献 (理由を付す)

「O」 口頭による開示、使用、展示等に関する文献

「P」 国際出願日前で、かつ優先権の主張の基礎となる出願

の日の後に公表された文献

「T」 国際出願日又は優先日後に公表された文献であって出願と矛盾するものではなく、発明の原理又は理論の理解のために引用するもの

「X」 特に関連のある文献であって、当該文献のみで発明の新規性又は進歩性がないと考えられるもの

「Y」 特に関連のある文献であって、当該文献と他の1以上の文献との、当業者にとって自明である組合せによって進歩性がないと考えられるもの

「&」 同一パテントファミリー文献

国際調査を完了した日

20.02.2004

国際調査報告の発送日

09.3.2004

国際調査機関の名称及びあて先

日本国特許庁 (ISA/JP)

郵便番号100-8915

東京都千代田区霞が関三丁目4番3号

特許庁審査官 (権限のある職員)

大澤 孝次

5R

7924

電話番号 03-3581-1101 内線 3565

This Page is inserted by IFW Indexing and Scanning
Operations and is not part of the Official Record

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

☒ BLACK BORDERS

☒ IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES

☒ FADED TEXT OR DRAWING

☒ BLURED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING

☐ SKEWED/SLANTED IMAGES

☐ COLORED OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS

☐ GRAY SCALE DOCUMENTS

☐ LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT

☐ REPERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY

☐ OTHER: _____

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

**As rescanning documents *will not* correct images
problems checked, please do not report the
problems to the IFW Image Problem Mailbox**